Republic of Ecuador

EDICT OF GOVERNMENT

In order to promote public education and public safety, equal justice for all, a better informed citizenry, the rule of law, world trade and world peace, this legal document is hereby made available on a noncommercial basis, as it is the right of all humans to know and speak the laws that govern them.

NTE INEN 2273 (2001) (Spanish): Pinturas y productos afines. Determinación del contenido de agua

BLANK PAGE

PROTECTED BY COPYRIGHT

INSTITUTO ECUATORIANO DE NORMALIZACIÓN

Quito - Ecuador

NORMA TÉCNICA ECUATORIANA NTE INEN 2 273:2001

PINTURAS Y PRODUCTOS AFINES. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE AGUA.

Primera Edición

PAINTS AND RELATED PRODUCTS. DETERMINATION OF WATER CONTENT.

First Edition

DESCRIPTORES: Pinturas, productos afines, solventes, método del reactivo Karl Fischer, contenido de humedad, contenido de agua.
QU 04.05 -355
CDU: 667.61
CIIU: 3521
ICS: 87.040

CDU: 667.61
ICS: 87.040

CIIU: 3521
QU 04.05-355

Norma Técnica Ecuatoriana Voluntaria	PINTURAS Y PRODUCTOS AFINES. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE AGUA.	NTE INEN 2 273: 2001 2001-07

Instituto Ecuatoriano de Normalización, INEN - Casilla 17-01-3999 - Baquerizo 454 y Ave. 6 de Diciembre - Quito-Ecuador - Prohibida la reproducción

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece los métodos de ensayo para determinar el contenido de agua de las pinturas y productos afines, incluido resinas, monómeros y solventes.

2. ALCANCE

2.1 Esta norma no es aplicable en presencia de aldehídos y ciertos metales activos, óxidos e hidróxidos metálicos.

2.2 Generalmente la evaluación con el método A, ha estado limitada a productos pigmentados conteniendo cantidades de agua en el rango de 30% a 70%; este método de ensayo puede utilizarse también para concentraciones más altas o bajas que dicho rango.

2.3 La determinación del contenido de agua se puede efectuar por cualquiera de los métodos establecidos. El *método B* debe ser usado como dirimente en caso de divergencia.

2.4 Esta norma no pretende dar solución a todos los problemas de seguridad asociados con su uso, es responsabilidad del usuario de esta norma establecer prácticas apropiadas de seguridad y salud y determinar la aplicabilidad de limitaciones antes de usarla (ver 4.1).

3. DEFINICIONES

3.1 Deriva. Se refiere al consumo de solución titulante que se produce por la existencia de agua difundida en el interior del sistema, una vez que se tiene solución neutralizada.

3.2 Título. Es la cantidad de agua que reacciona por cm^3 de titulante (reactivo Karl Fischer).

3.3 Titulación. Se realiza por la adición lenta de una solución estándar (titulante) contenida en una bureta u otro aparato de medición volumétrica hacia una solución de la muestra, hasta la reacción completa del estándar con la muestra.

4. DISPOSICIONES GENERALES

4.1 Riesgos

4.1.1 Los reactivos Karl Fischer contienen cuatro compuestos tóxicos que son yodo, dióxido de azufre, piridina y metanol o éter glicol. El reactivo debe ser preparado y dispuesto en una cámara de extracción de gases o sorbona. Debe tenerse cuidado para evitar la inhalación y el contacto con la piel. A continuación de un contacto o derrame, se debe lavar con grandes cantidades de agua.

4.1.2 Los solventes de piridina y metanol deben ser tratados con el mismo cuidado que el reactivo Karl Fischer.

4.1.3 El 1-etilpiperidina es de toxicidad desconocida y, por tanto, debe ser manejada con el mismo cuidado que los reactivos indicados en los numerales 4.1.1 y 4.1.2.

(Continúa)

DESCRIPTORES: Pinturas, productos afines, solventes, método del reactivo Karl Fischer, contenido de humedad, contenido de agua.

4.2 Mantenimiento

4.2.1 *Limpieza.* Limpiar el recipiente de titulación humedeciendo con piridina fresca. No usar metanol u otros solventes.

4.2.2 *Secado.* Revisar frecuentemente para estar seguro de que todos los tubos de secado están en buenas condiciones firmemente conectados. Reemplazar el desecante cuando el color indicativo cambia a la mitad del tubo.

4.2.3 *Rendimiento del electrodo*. Si la respuesta del electrodo es lenta o de otro modo fuera de norma, seguir los siguientes pasos para corregir el problema. Ensayar el electrodo con una titulación después de cada paso, para determinar si el siguiente paso es necesario.

4.2.2.1 Secar la punta del electrodo con una toalla de papel limpia.

4.2.2.2 Lavar el electrodo por inmersión en ácido clorhídrico concentrado por lo menos 1 minuto. Lavar primero con agua destilada y luego con metanol.

4.2.2.3 Seguir las instrucciones del fabricante para volver a ubicar la medida del punto extremo.

4.2.2.4 Reemplazar la fuente de energía. Consultar con el manual de procedimientos de reemplazo.

4.2.2.5 Reemplazar el electrodo.

5. MÉTODO DE ENSAYO

5.1 Método A

5.1.1 *Significado y uso*

5.1.1.1 La determinación del contenido de agua, es importante para controlar el desempeño de las pinturas y sus componentes y es crítico para controlar el contenido de compuestos orgánicos volátiles (COV).

5.1.1.2 Los materiales de la pintura son insolubles en los solventes comunes de Karl Fischer tal como el metanol. La piridina se ha encontrado como un solvente casi universal para estos materiales, sin embargo la reacción Karl Fischer es demasiado lenta en este solvente a la temperatura ambiente, para acelerarla, se añade 1-etilpiperidina en 5% como "buffer" o catalizador.

5.1.2 Resumen

5.1.2.1 El material es disuelto en piridina u otro solvente apropiado, y titulado directamente con reactivo Karl Fischer normalizado en un punto extremo electrométrico. La reacción lenta con agua en piridina es acelerada con un catalizador químico 1-etilpipiridina.

5.1.2.2 La piridina es usada como un solvente para reducir al mínimo los problemas de interferencia causados por las cetonas. Es también usado por cuanto el solvente más común, metanol, no disuelve muchas resinas comunes y debido a que el metanol reacciona con algunas resinas para producir agua.

5.1.3 *Equipo*

5.1.3.1 Aparato Karl Fischer. Manual o automático, comprendido en la descripción de la NTE INEN 2 154. El equipo debe contener una bureta de 25 cm^3, clase A o equivalente.

5.1.3.2 Jeringa provista de aguja, de 100 µl de capacidad .

(Continúa)

5.1.3.3 Jeringas sin aguja, de 1 cm^3 y 10 cm^3 de capacidad, pero equipadas con tapas.

5.1.4 *Reactivos*

5.1.4.1 Reactivo Karl Fischer (ver nota 1).

5.1.4.2 Agua destilada.

5.1.4.3 Piridina.

5.1.4.4 1-Etilpiperidina.

5.1.4.5 Ácido clorhídrico (HCl), concentrado.

5.1.5 *Procedimiento*

5.1.5.1 *Valorización del reactivo Karl Fischer.*

a) Añadir suficiente piridina fresca para cubrir la punta del electrodo, más 1 cm^3 de catalizador 1-etilpiperidina por cada 20 cm^3 de piridina. El catalizador actúa mejor en una concentración del 5% del volumen presente.

b) Llenar la jeringa de 100 μl hasta la mitad con agua destilada y pesar con aproximación 0,1 mg.

c) Pretitular la piridina al punto extremo indicado por el fabricante del equipo añadiendo solamente el reactivo Karl Fischer I (RKF) de tal forma que el punto extremo se mantenga por lo menos durante 30 s.

d) El uso del catalizador aumenta gradualmente el índice de reacción entre el agua y el reactivo Karl Fischer. Para obtener resultados confiables aumentar la sensibilidad del electrodo y reducir el índice de titulación a lo mínimo. La mayoría de instrumentos tienen controles para estas funciones. Consultar el manual de instrucciones para información sobre estos controles.

e) Vaciar el contenido de la jeringa en el recipiente de titulación. Reemplazar inmediatamente la tapa del frasco de la muestra y titular con el reactivo Karl Fischer al punto extremo como se describe en el literal **c**.

f) Repetir la valorización hasta obtener valores de F dentro del 1%.

g) Realizar los cálculos con al menos una cifra decimal extra mas allá de los datos adquiridos. Redondear la cifras después de los cálculos finales.

h) Informar el valor medio de por lo menos dos determinaciones.

_____

NOTA 1. Todos los reactivos deben ser frescos. No usar reactivos que tengan 9 meses de preparados. El reactivo Karl Fischer se deteriora, con el tiempo. Verificar la fecha de expiración en la botella del reactivo.

(Continúa)

i) Cálculos

i.1) Calcular la titulación F del reactivo Karl Fischer como se indica en la ecuación siguiente:

$$F = \frac{J}{P}$$

En donde:

F = Titulación del reactivo Karl Fischer, en gramos por centímetro cúbico;

J = agua añadida, en gramos;

P = reactivo Karl Fischer, en centímetros cúbicos.

i.2) El valor para F debe ser registrado con cuatro dígitos significativos y debe ser la media de por lo menos dos determinaciones. Los valores deben estar en el rango de 0,004000 a 0,006000 g/cm^3.

5.1.5.2 *Análisis de muestras con más de 0,5% de agua.*

a) El recipiente de titulación ya debe contener piridina pretitulada y catalizador como se indica en el numeral 5.1.5.1, literales **a** y **c** en el procedimiento de valorización. Los mejores resultados se obtienen con solvente fresco, esto es, que no contenga un espécimen pretitulado en el recipiente.

b) Con una jeringa de 1 cm^3 o 10 cm^3 extraer la cantidad de material indicada en la tabla 1 (ver nota 2).

TABLA 1. Lineamientos de los especímenes

¡Error! Marcador no definido. Porcentaje esperado de agua %	**Masa aproximada del espécimen g**	**Volumen aproximado de titulación para 5 mg/cm^3 Título en cm^3**
0,5 - 1,0	5	5 - 10
1 - 3	2 - 5	10 - 20
3 - 10	1 - 2	10 - 20
10 - 30	0,4 - 1,0	20 - 25
30 - 70	0,1 - 0,4	15 - 25
> 70	0,1	20

c) Retirar la jeringa del espécimen, halar el pistón un poco más, limpiar el material de exceso en la jeringa y colocar una tapa en la punta de la jeringa. Pesar la jeringa con aproximación a 0,1 mg.

d) Retirar la tapa y vaciar el contenido de la jeringa en el recipiente de piridina pretitulada, sacar el pistón y reemplazar la tapa.

(Continúa)

NOTA 2. La muestra de pintura tiende a asentarse en la jeringa y dar un alto porcentaje de agua. Obtener un espécimen recién agitado o mezclado para cada paso del ensayo.

e) Agitar rápidamente por 1 a 2 minutos antes de iniciar la titulación. Algunos instrumentos pueden estar dispuestos para hacer esto automáticamente. Si el espécimen no está todavía disuelto o disperso, continuar la agitación hasta que se disuelva o usar un solvente diferente en lugar de la piridina indicado en el numeral 5.1.5.2, literal **a**.

f) Titular el espécimen lentamente con el reactivo Karl Fischer hasta el punto extremo indicado en el numeral 5.1.5.1, literal **c**.

g) Pesar de nuevo la jeringa vacía y calcular la masa del espécimen por diferencia.

h) Cálculos

h.1) Calcular el porcentaje de agua L mediante la ecuación siguiente:

$$L = \frac{(P \times F \times 100)}{S}$$

En donde:

F = Titulación del reactivo Karl Fischer, en gramos por centímetros cúbicos;

P = reactivo Karl Fischer, en centímetros cúbicos;

S = masa del espécimen, en gramos.

5.1.5.3 *Análisis de materiales con menos del 0,5% de agua.*

a) De 0,1% a 0,5% , seguir el procedimiento indicado en 5.1.5.2 (espécimen de 1 g), excepto que se sustituye una microbureta de 1 cm^3 por la bureta de 25 cm^3 en el aparato de Karl Fischer.

b) Para menos de 0,1% usar una microbureta de 1 cm^3 y aumentar el tamaño del espécimen tanto sea necesario hasta 10 g. Con este método es posible medir los niveles de agua hasta 1 mg/kg (0,0001%) (ver nota 3).

5.1.6 *Errores de método*

5.1.6.1 Repetibilidad. Dos resultados, cada uno el promedio de determinaciones duplicadas obtenidas por el mismo operador en diferentes días deben considerarse sospechosos si ellos difieren por más de 4,7% relativo.

5.1.7 *Informe de resultados*

5.1.7.1 Recomendaciones para buenos resultados.

a) Asegurarse que los electrodos estén limpios.

b) Seguir las instrucciones del fabricante para asegurarse de que el paso al recipiente de titulación sea solamente a través de un desecador.

c) Las muestras deben ser completamente mezcladas antes de tomar un espécimen.

d) Las pinturas y productos afines son a menudo lentas para disolverse o dispersarse. Para asegurar que toda el agua sea extraída en la piridina o solvente, agitar de 1 a 2 minutos antes de comenzar la titulación.

NOTA 3. Los especímenes con menos del 0,1% de agua pueden requerir técnicas de manejo especiales para impedir la absorción de agua atmosférica. La precisión de este método de ensayo ha sido determinada con especímenes que contienen niveles de agua más altos.

(Continúa)

e) Realizar la titulación lentamente pero con agitación rápida.

f) Desechar el primer resultado en la piridina fresca.

g) Usar 1-etilpiperidina.

5.2 Método B

5.2.1 *Resumen*

5.2.1.1 Una vez colocado el reactivo durante la reacción del dióxido de azufre con el yodo en presencia de agua, se registra un potencial. El equipo registra la disminución de este potencial a cero, lo cual sucede cuando toda el agua disponible se ha consumido en la reacción. El equipo registra automáticamente el volumen de reactivo consumido hasta este punto, y por medio de su procesador electrónico, calcula la cantidad de agua presente en la muestra.

5.2.2 *Equipo*

5.2.2.1 Equipo de Karl Fischer. Equipo automatizado Karl Fischer provisto de un electrodo doble de platino polarizado para determinar potenciométricamente el punto extremo.

5.2.2.2 Jeringa provista de aguja, de 100 μl,de capacidad.

5.2.2.3 Balanza analítica, con una resolución de 0,0001 g.

5.2.3 *Reactivos*

5.2.3.1 Reactivo Karl Fischer. Es una solución de yodo y dióxido de azufre en metanol y piridina. (ver nota 4)

5.2.3.2 2-metoxi etanol

5.2.3.3 Metanol

5.2.4 *Procedimiento*

5.2.4.1 Los detalles específicos de operación varían según los diferentes modelos comerciales de equipos automáticos Karl Fischer, sin embargo, en todos los casos se debe proceder por duplicado de la siguiente manera:

a) Colocar un volumen de metanol grado reactivo (contenido de agua conocido) en el vaso de reacción, de manera que cubra completamente las puntas del electrodo.

b) Ingresar a la memoria del equipo el título del reactivo Karl Fischer.

c) Neutralizar el medio titulando el metanol con el reactivo Karl Fischer.

d) Determinar la deriva del sistema neutralizado. Este valor se graba automáticamente en la memoria del equipo.

e) Tomar 70 μl, de la muestra por medio de una jeringa.

f) Colocar la jeringa con la muestra en el plato de la balanza y tarar.

NOTA 4. El reactivo Karl Fischer se adquiere ya preparado. Algunos reactivos comerciales han sustituido al metanol por 2 - metoxi etanol y la piridina por una amina, lo cual acelera la velocidad de la reacción.

(Continúa)

g) Inyectar a través de la membrana la cantidad de muestra tomada en el vaso de reacción.

h) Colocar nuevamente la jeringa vacía sobre el plato de la balanza, y el valor de la lectura (despreciar el signo negativo) ingresar a la memoria del equipo.

i) Agitar durante 1 o 2 minutos. Posteriormente titular la muestra (ver nota 5)

j) Cuando la reacción haya terminado, el equipo mostrará automáticamente el valor del contenido de agua (ver nota 6).

k) Registrar este valor como el contenido de agua.

l) Informar el valor medio de las determinaciones.

5.2.5 *Cálculos*

5.2.5.1 No se requiere de cálculo, ya que el equipo posee un procesador y el dato es presentado automáticamente en el indicador del equipo. Salvo el caso de que la muestra haya sido diluida, en tal caso se corregirá el valor mediante la ecuación siguiente:

$$H = \frac{L \times 100}{d}$$

En donde:

H = Contenido de agua, en porcentaje.

L = Lectura del equipo, en porcentaje.

d = Razón de dilución, en porcentaje.

6. INFORME DE RESULTADOS

6.1 Como resultado final, debe informarse la media aritmética de los resultados de la determinación.

6.2 En el informe de resultados, debe indicarse el método usado y el resultado obtenido. Debe mencionarse además cualquier condición no especificada en esta norma o considerada como opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido sobre el resultado.

6.3 Deben incluirse todos los detalles para la completa identificación de la muestra.

NOTA 5. Si la muestra no se disuelve completamente en metanol sustituir el metanol por piridina, una solución de metanol en cloroformo al 25% u otro solvente apropiado, pero lo más exento posible de agua.

NOTA 6. La unidad del valor mostrado por el equipo, depende de la configuración del mismo. Algunos modelos de equipos tienen la unidad de mg/kg, % o mg; normalmente es %.

(Continúa)

APÉNDICE Z

Z.1 DOCUMENTOS NORMATIVOS A CONSULTAR

Norma Técnica Ecuatoriana NTE INEN 2 154: 1997 *Solventes. Determinación de la humedad.*

Z.2 BASES DE ESTUDIO

Norma ASTM D 4017 *Standard Test Method for Water in Paints and Paint Materials by Karl Fischer Method*. American Society for Testing and Materials. Philadelphia, 1997.

G. Wieland Water Determination by Karl Fischer Titration. Git Verlag. Darmstadt, 1997.

Operating Instructions. *DL 18 Karl Fischer Titrator*. Mettler. Schwerzenbach, 1992.

INFORMACIÓN COMPLEMENTARIA

Documento: NTE INEN 2 273	**TITULO: PINTURAS Y PRODUCTOS AFINES. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE AGUA.**	**Código: QU 04.05-355**

ORIGINAL:	REVISIÓN:
Fecha de iniciación del estudio: 1998-02-04	Fecha de aprobación anterior por Consejo Directivo Oficialización con el Carácter de por Acuerdo No. de publicado en el Registro Oficial No. de Fecha de iniciación del estudio:

Fechas de consulta pública: de a

Subcomité Técnico: PINTURAS
Fecha de iniciación: 1998-03-26 Fecha de aprobación: 1998-03-26
Integrantes del Subcomité Técnico:

NOMBRES:	**INSTITUCIÓN REPRESENTADA:**
Ing. Edison Bohórquez (Presidente)	PINTURAS CÓNDOR
Dra. Ana Lucía Toro	PINTURAS CÓNDOR
Ing. Wiliam Salcedo	PINTURAS CÓNDOR
Ing. Miguel Villalva	PINTURAS CÓNDOR
Ing. Juan Jaramillo	PINTURAS UNIDAS
Ing. Samuel Sánchez	PINTUQUÍMICA
Ing. Fernando Jara	PINTURAS WESCO
Quim. Ind. Juan Méndez	PINTURAS SUPERIOR
Ing. Carlos Zambrano	PINTURAS SUPERIOR
Ing. Alejandro Beltrán	PINTURAS SUPERIOR
Ing. Luis Espín	DELTA QUÍMICOS
Ing. Hugo Peñafiel	SWISSCONTAC
Ing. Walter Rothembach	PROQUIMSA
Ing. Héctor Benítez	PINTURAS SHERWIN WILLIAMS
Sr. Gustavo Argoti	INDUALCA S.A.
Sra. Greis Mafla	INDUALCA S.A.
Ing. Verónica Yánez	SOLVINI C.A.
Ing. Mario Narváez	PINTURAS LÍDER
Ing. Gustavo Velasco	HOLANDA ECUADOR
Ing. Margarita Camacho	DIRECCIÓN NACIONAL DE HIDROCARBUROS
Ing. Jacqueline Villacís	DIRECCIÓN NACIONAL DE HIDROCARBUROS
Dra. Alicia Vallejo	COMISIÓN ECUATORIANA DE ENERGÍA ATÓMICA
Ing. Luis Corella	COMISIÓN ECUATORIANA DE ENERGÍA ATÓMICA
Dr. Washington Nuñez	FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS-UNIVERSIDAD CENTRAL
Dr. Raúl Vinueza	ESPOCH
Ing. Milton Avilés	MICIP
Ing. César Jara (Secretario Técnico)	INEN

Otros trámites:

CARÁCTER: Se recomienda su aprobación como: VOLUNTARIA

Aprobación por Consejo Directivo en sesión de 2001-03-28 como: Voluntaria	Oficializada como: Voluntaria Por Acuerdo Ministerial No. 01213 de 2001-07-13 Registro Oficial No. 380 de 2001-07-31

Instituto Ecuatoriano de Normalización, INEN - Baquerizo Moreno E8-29 y Av. 6 de Diciembre
Casilla 17-01-3999 - Telfs: (593 2)2 501885 al 2 501891 - Fax: (593 2) 2 567815
Dirección General: E-Mail:furresta@inen.gov.ec
Área Técnica de Normalización: E-Mail:normalizacion@inen.gov.ec
Área Técnica de Certificación: E-Mail:certificacion@inen.gov.ec
Área Técnica de Verificación: E-Mail:verificacion@inen.gov.ec
Área Técnica de Servicios Tecnológicos: E-Mail:inencati@inen.gov.ec
Regional Guayas: E-Mail:inenguayas@inen.gov.ec
Regional Azuay: E-Mail:inencuenca@inen.gov.ec
Regional Chimborazo: E-Mail:inenriobamba@inen.gov.ec
URL:www.inen.gov.ec